

SVEUČILIŠTE U SPLITU
KEMIJSKO - TEHNOLOŠKI FAKULTET

**UTJECAJ POZICIJE AKSIJALNOG MIJEŠALA NA
SUSPENDIRANJE ZEOLITA I SNAGU MIJEŠANJA**

ZAVRŠNI RAD

ROBERT KEVO

Matični broj:1063

Split, rujan 2017.

SVEUČILIŠTE U SPLITU
KEMIJSKO - TEHNOLOŠKI FAKULTET
PREDDIPLOMSKI STUDIJ KEMIJSKE TEHNOLOGIJE
SMJER: Kemijsko inženjerstvo

**UTJECAJ POZICIJE AKSIJALNOG MIJEŠALA NA
SUSPENDIRANJE ZEOLITA ISNAGU MIJEŠANJA**

ZAVRŠNI RAD

ROBERT KEVO

Matični broj:1063

Split, rujan 2017.

UNIVERSITY OF SPLIT
FACULTY OF CHEMISTRY AND TECHNOLOGY
UNDERGRADUATE STUDY OF CHEMICAL
TECHNOLOGY
STUDY ORIENTATION: Chemical engineering

INFLUENCE OF AXIAL IMPELLER POSITION
ON ZEOLITE SUSPENSION AND POWER CONSUMPTION

BACHELOR THESIS

ROBERT KEVO
Parent number: 1063

Split, September 2017

Sveučilište u Splitu
Kemijско-tehnološki fakultet
Preddiplomski studij kemijske tehnologije

Znanstveno područje: Tehničke znanosti

Znanstveno polje: Kemijsko inženjerstvo

Tema rada je prihvaćena na XXI. sjednici Fakultetskog vijeća Kemijsko tehnološkog fakulteta

Mentor: Doc. dr. sc. Marija Čosić

Pomoć pri izradi: Dr. sc. Antonija Čelan

UTJECAJ POZICIJE AKSIJALNOG MIJEŠALA NA SUSPENDIRANJE ZEOLITA I SNAGU MIJEŠANJA

Robert Kevo, 1063

Sažetak: Sama učinkovitost i ekonomičnost miješanja pomoću mehaničkog miješala ovisi o možda naizgled ne pretjerano bitnim faktorima kao geometrija posude u kojoj se izvodi miješanje, dimenziji i obliku miješala te njegova poziciji u miješalici. Upravo u ovom radu ispitan je konkretno utjecaj pozicije aksijalnog miješala s lopaticama pod kutom od 45° na suspendiranje čestica zeolita NaX i utrošak snage miješanja pri postizanju stanja potpune suspenzije. Eksperimenti su provedeni u reaktoru u kojem su bila postavljena četiri razbijala virova, a volumen suspenzije iznosio je $2,14 \text{ dm}^3$. Visina stupca kapljevine bila je jednaka promjeru reaktora ($H=d_r$), omjer promjera miješala i reaktora (D_a/d_r) iznosio je 0,46, a omjeri udaljenosti miješala od dna posude i visine stupca kapljevine (c/H) prilikom ispitivanja su bili od 0,1 do 0,5. Osim udaljenosti miješala od dna posude, sagledavan je i utjecaj masene koncentracije zeolita na stanje potpune suspenzije. Ispitivane veličine bile su minimalna brzina vrtnje miješala pri stanju potpune suspenzije, N_{js} , te zakretni moment, τ , pri različitim pozicijama miješala u suspenzijama različitih masenih koncentracija. Iz navedenih veličina potom je određen utrošak snage pri miješanju, sve u cilju pronalaženja optimalne konfiguracije miješalice za suspendiranje zeolita. U radu je također izvršena simulacija toka kapljevine primjenom programa *VisiMix 2000 Turbulent* za sve ispitivane udaljenosti PBT miješala od dna posude. Na temelju eksperimentalnih ispitivanja utvrđeno je povećanje kritične brzine vrtnje i zakretnog momenta s povećanjem udaljenosti miješala od dna posude. Navedeno povećanje prisutno je također i pri porastu masene koncentracije suspenzije, ali utjecaj ove veličine nije toliko izražen kao utjecaj pozicije miješala. Utrošak snage miješanja povećava se s povećanjem udaljenosti miješala od dna posude. Njezina najveća vrijednost je bila izmjerena kada je miješalo bilo na polovini visine stupca kapljevine pri masenoj koncentraciji suspenzije $4,91 \text{ g/dm}^3$. Ipak, osim stanja potpune suspenzije, još je potrebno i određivanje koncentracije izmijenjenih Na^+ iona na primijenjenom zeolitu da bi mogli predložiti optimalnu konfiguraciju miješalice.

Ključne riječi: udaljenost miješala od dna posude, suspendiranje, snaga miješanja, ionska izmjena, zeolit.

Rad sadrži: 48 stranica, 18 slika, 5 tablica, 1 prilog, 18 literaturnih referenci

Jezik izvornika: hrvatski

Sastav Povjerenstva za obranu:

1. Prof. dr. sc. Nenad Kuzmanić - predsjednik
2. Doc. dr. sc. Ivana Smoljko - član
3. Doc. dr. sc. Marija Čosić – član-mentor

Datum obrane: 27. rujna 2017.

Rad je u tiskanom i elektroničkom formatu (pdf format) obliku pohranjen u Knjižnici Kemijsko-tehnološkog fakulteta u Splitu, Ruđera Boškovića 33

BASIC DOCUMENTATION CARD

BACHELOR THESIS

University of Split
Faculty of Chemistry and Technology Split
Undergraduate study of Chemical Technology

Scientific area: Engineering sciences

Scientific field: Chemical Engineering

Thesis subject was approved by Faculty Council of Chemistry and Technology session no. XXI

Mentor: Marija Ćosić, PhD, assistant prof.

Technical assistance: Antonija Čelan, PhD, postdoctoral researcher

INFLUENCE OF AXIAL IMPELLER POSITION ON ZEOLITE SUSPENSION AND POWER CONSUMPTION

Robert Kevo, 1063

Abstract: Sheer efficiency of agitation induced by a mechanical impeller depends on factors that may not seem important at first glance, those being form of the mixing tank in which liquids are agitated, impeller geometry and its position in agitated vessel. In this work, the effect of 45° pitched-blade impeller off-bottom clearance on the state of suspension of NaX zeolite and power consumption is being investigated. All experiments were carried out in a 2.14 dm³ glass reactor equipped with four baffles. The liquid height was equal to the tank diameter ($H = d_t$), impeller to tank diameter ratio (D_a/d_t) was 0.46 and impeller off-bottom clearances given by ratios (c/H) were in the range from 0.1 to 0.5. Besides impeller position, influence of zeolite mass concentration on the state of complete suspension was analysed as well. Variables examined in this research were minimum impeller speed required to achieve the state of complete suspension, N_{JS} , and torque, τ , at different impeller position and zeolite mass concentration. Furthermore, from determined values of N_{JS} and τ , power consumptions for applied conditions were calculated. The reason for all these conditions being defined is to assemble an optimal configuration of an agitation process vessel for zeolite suspension. In this work, simulation of fluid flow pattern at different impeller off-bottom clearances by program *VisiMix 2000 Turbulent* were made as well. According to experimental results, it was confirmed that minimum agitation speed and torque required for achieving the state of complete suspension increases with an increment of impeller distance from the bottom of the tank, as it is the case with the bigger mass concentration, although this effect is not as pronounced as the impeller off-bottom clearance is. Power consumption increased with impeller off-bottom clearance. The highest amount of power is measured when the stirrer was positioned at the half of the liquid height, mass concentration of suspension then being 4.91 g/dm³. However, apart from complete suspension, one more thing to consider when making optimal configuration of agitation vessel is concentration of exchanged Na⁺ ions on used zeolite, which was not examined in this thesis.

Key words: impeller off-bottom clearance, suspension, power consumption, ion exchange, zeolite.

Thesis contains: 48 pages, 18 figures, 5 tables, 1 supplement, 19 references

Original in: Croatian

Defence comitee:

- | | |
|---|--------------|
| 1. Marija Ćosić – PhD, assistant prof. | chair person |
| 2. Ivana Smoljko – PhD, assistant prof. | member |
| 3. Nenad Kuzmanić – PhD, full prof. | supervisor |

Defence date: 27 September 2017

Printed and electronic (pdf format) version of thesis is deposited in Library of Faculty of Chemistry and Technology Split, Ruđera Boškovića 33.

Završni rad je izrađen u Zavodu za kemijsko inženjerstvo, Kemijsko-tehnološkog fakulteta u Splitu pod mentorstvom doc. dr. sc. Marije Čosić, u razdoblju od 6. travnja do 2. svibnja 2017. godine.

Ispitivanja u ovom radu sastavni su dio projekta HETMIX (8959) kojeg financira Hrvatska zaklada za znanost.

Iskreno zahvaljujem mentorici doc. dr. sc. Mariji Čosić na pomoći pri izvođenju eksperimentalnog dijela rada, kao i na sugestijama i savjetima pri pisanju ovog završnog rada.

Zahvaljujem također asistentici dr. sc. Antoniji Čelan na pomoći pri odabiru literature.

I naravno, mami i tati, uvijek i na svemu.

ZADATAK ZAVRŠNOG RADA

1. Izvršiti postupak suspendiranja čestica zeolita NaX uz uporabu turbinskog miješala s četiri lopatice nagnute pod kutom od 45° (tzv. PBT miješalo).
2. Sagledati utjecaj udaljenosti miješala od dna posude na minimalnu brzinu vrtnje miješala potrebnu za postizanje stanja potpune suspenzije zeolita pri različitim masenim koncentracijama suspenzije.
3. Izvršiti vizualizaciju tokova kapljevine pri različitim pozicijama miješala primjenom programa *VisiMix 2000 Turbulent*.
4. Sagledati utjecaj udaljenosti miješala od dna posude na utrošak snage miješanja pri stanju potpune suspenzije čestica zeolita.
5. Na temelju provedenih ispitivanja izvršiti analizu djelotvornosti upotrijebljenih konfiguracija za suspendiranje zeolita NaX.

SAŽETAK

Sama učinkovitost i ekonomičnost miješanja pomoću mehaničkog miješala ovisi o možda naizgled ne pretjerano bitnim faktorima kao geometrija posude u kojoj se izvodi miješanje, dimenziji i obliku miješala te njegova poziciji u miješalici. Upravo u ovom radu ispitan je konkretno utjecaj pozicije aksijalnog miješala s lopaticama pod kutom od 45° na suspendiranje čestica zeolita NaX i utrošak snage miješanja pri postizanju stanja potpune suspenzije. Eksperimenti su provedeni u reaktoru u kojem su bila postavljena četiri razbijala virova, a volumen suspenzije iznosio je $2,14 \text{ dm}^3$. Visina stupca kapljevine bila je jednaka promjeru reaktora ($H=d_t$), omjer promjera miješala i reaktora (D_a/d_t) iznosio je 0,46, a omjeri udaljenosti miješala od dna posude i visine stupca kapljevine (c/H) prilikom ispitivanja su bili od 0,1 do 0,5. Osim udaljenosti miješala od dna posude, sagledavan je i utjecaj masene koncentracije zeolita na stanje potpune suspenzije. Ispitivane veličine bile su minimalna brzina vrtnje miješala pri stanju potpune suspenzije, N_{JS} , te zakretni moment, τ , pri različitim pozicijama miješala u suspenzijama različitih masenih koncentracija. Iz navedenih veličina potom je određen utrošak snage pri miješanju, sve u cilju pronalaženja optimalne konfiguracije miješalice za suspendiranje zeolita. U radu je također izvršena simulacija toka kapljevine primjenom programa *VisiMix 2000 Turbulent* za sve ispitivane udaljenosti PBT miješala od dna posude. Na temelju eksperimentalnih ispitivanja utvrđeno je povećanje kritične brzine vrtnje i zakretnog momenta s povećanjem udaljenosti miješala od dna posude. Navedeno povećanje prisutno je također i pri porastu masene koncentracije suspenzije, ali utjecaj ove veličine nije toliko izražen kao utjecaj pozicije miješala. Utrošak snage miješanja povećava se s povećanjem udaljenosti miješala od dna posude. Njezina najveća vrijednost je bila izmjerena kada je miješalo bilo na polovini visine stupca kapljevine pri masenoj koncentraciji suspenzije $4,91 \text{ g/dm}^3$. Ipak, osim stanja potpune suspenzije, još je potrebno i određivanje koncentracije izmijenjenih Na^+ iona na primijenjenom zeolitu da bi mogli predložiti optimalnu konfiguraciju miješalice.

Ključne riječi: udaljenost miješala od dna posude, suspendiranje, snaga miješanja, ionska izmjena, zeolit.

SUMMARY

Sheer efficiency of agitation induced by a mechanical impeller depends on factors that may not seem important at first glance, those being form of the mixing tank in which liquids are agitated, impeller geometry and its position in agitated vessel. In this work, the effect of 45° pitched-blade impeller off-bottom clearance on the state of suspension of NaX zeolite and power consumption is being investigated. All experiments were carried out in a 2.14 dm³ glass reactor equipped with four baffles. The liquid height was equal to the tank diameter ($H = d_t$), impeller to tank diameter ratio (D_a/d_t) was 0.46 and impeller off-bottom clearances given by ratios (c/H) were in the range from 0.1 to 0.5. Besides impeller position, influence of zeolite mass concentration on the state of complete suspension was analysed as well. Variables examined in this research were minimum impeller speed required to achieve the state of complete suspension, N_{JS} , and torque, τ , at different impeller position and zeolite mass concentration. Furthermore, from determined values of N_{JS} and τ , power consumptions for applied conditions were calculated. The reason for all these conditions being defined is to assemble an optimal configuration of an agitation process vessel for zeolite suspension. In this work, simulation of fluid flow pattern at different impeller off-bottom clearances by program *VisiMix 2000 Turbulent* were made as well. According to experimental results, it was confirmed that minimum agitation speed and torque required for achieving the state of complete suspension increases with an increment of impeller distance from the bottom of the tank, as it is the case with the bigger mass concentration, although this effect is not as pronounced as the impeller off-bottom clearance is. Power consumption increased with impeller off-bottom clearance. The highest amount of power is measured when the stirrer was positioned at the half of the liquid height, mass concentration of suspension then being 4.91 g/dm³. However, apart from complete suspension, one more thing to consider when making optimal configuration of agitation vessel is concentration of exchanged Na⁺ ions on used zeolite, which was not examined in this thesis.

Key words: impeller off-bottom clearance, suspension, power consumption, ion exchange, zeolite.

Sadržaj

UVOD	1
1. OPĆI DIO	3
1.1. TEHNOLOŠKA OPERACIJA MIJEŠANJA	4
1.1.1. Provedba mehaničkog miješanja	6
1.1.2. Snaga miješanja	9
1.1.3. Suspendiranje čestica	12
1.2. IONSKA IZMJENA	15
1.2.1. ZEOLITI	16
2. EKSPERIMENTALNI DIO	19
2.1. METODOLOGIJA	20
2.1.1. Opis aparature za provedbu eksperimenata	20
2.1.2. Provedba eksperimenta	22
3. REZULTATI RADA	24
3.1. Određivanje brzine vrtnje potrebne za postizanje potpune suspenzije pri različitim pozicijama miješala	25
3.2. Određivanje zakretnog momenta miješala pri različitim pozicijama PTD miješala	30
3.3. Utrošak snage miješanja potrebne za postizanje potpune suspenzije pri različitim pozicijama miješala	34
4. RASPRAVA	36
5. ZAKLJUČCI	42
6. LITERATURA	44
7. PRILOZI	47
SIMBOLI	48

UVOD

Miješanje je jedna od najraširenijih mehaničkih operacija, kako u svakodnevnom životu, tako i u industrijskim procesima. Svrha miješanja je homogenizacija sustava koji se miješa i to u kemijskom, mehaničkom i temperaturnom smislu, odnosno poboljšanje prijenosa tvari i energije. S obzirom na broj faza prisutnih u sustavu koji se miješa, on može biti jednofazan ili višefazan, a s obzirom na režim strujanja, laminaran ili turbulentan.

Sama operacija izvodi se mehaničkim uzgibavanjem kapljevine (može biti i plin) pomoću mehaničkog miješala u predimenzioniranim posudama. Miješala koja se koriste u procesu mogu generirati radijalni, aksijalni ili tangencijalni tok kapljevine, pa odabir tipa miješala ovisi o vrsti traženog tipa miješanja, viskoznosti kapljevine i veličini posude. Također se često koriste i razbijala virova koja sprječavaju površinsku aeraciju. Međusobni geometrijski odnosi između dijelova opreme za miješanje i njihovi oblici uvelike utječu na samo miješanje.

Suspendiranje je miješanje u kojem se kruta faza suspendira u kapljevitoj kontinuiranoj fazi. S obzirom na odnose gustoća čestica i kapljevine, postoje plutajuće i sedimentirajuće čestice. Bez obzira na njihov karakter, cilj suspendiranja je što veća homogenizacija sustava i bolji prijenos tvari između čestica koje se miješaju i kapljevine. Imajući na umu da suspenzija može biti u različitim stupnjevima homogenosti, ona se može podijeliti na stanja i to na nepotpuno, potpuno, intermedijalno i uniformno ili homogeno stanje.

Stanje potpune suspenzije je najpoželjnije, jer su tada ostvareni optimalni uvjeti za prijenos tvari između kapljevine i čestica uz niže energetske troškove. Najprihvaćenija definicija potpune suspenzije je ona Zwieteringova, po kojoj ovo stanje nastaje kada su sve čestice podignute s dna posude, i ne zadržavaju se na dnu duže od 1 do 2 sekunde.

On također predlaže i empirijsku korelaciju, po kojoj se pomoću veličina koje se pojavljuju u sustavu, može izračunati minimalna brzina potrebna za postizanje potpune suspenzije, N_{JS} , još poznate kao kritične brzine vrtnje miješala. Ovaj podatak je bitan jer se iznad ove brzine prijenosne pojave u suspenziji značajno ne ubrzavaju, ali potrošnja energije raste, tako da je korelacija značajna i zbog ekonomičnosti procesa.

U ovom radu suspendiran je zeolit, tvar koja pripada grupi alumosilikata alkalijskih i zemnoalkalijskih metala trodimenzionalne strukture čiji oblik podsjeća na pčelinje saće. Pore iznimno sitnih, tj. molekulskih dimenzija i dobra ion-izmjenjivačka svojstva omogućavaju im širok spektar primjene kao npr. uloga omekšivača vode u deterdžentima, katalizatora u petrokemijskim procesima te poboljšivača tla. Također se koriste kao pročišćivači zraka, u obradi otpadnih voda i radioaktivnog otpada, ali i kao detoksikatori ljudskog organizma. Mogu biti prirodni, ali za potrebe eksperimenata korišten je sintetički zeolit NaX.

Suspendiranje čestica zeolita NaX u ovim istraživanjima provodilo se u miješalici s mehaničkim miješanjem, primjenom aksijalnog turbinskog miješala s četiri lopatice nagnute pod kutom od 45° (tzv. PBT miješalo). Cilj ovog rada bio je sagledati utjecaj geometrije reaktorskog sustava, točnije udaljenosti miješala od dna posude na postizanje stanja potpune suspenzije zeolita NaX pri četiri masene koncentracije. Stanje potpune suspenzije određivano je vizualnom Zweiteringovom metodom. Za postignuta stanja potpune suspenzije određen je također utrošak snage miješanja, a kako bi se dobio uvid u hidrodinamička zbivanja unutar sustava pri ispitivanim uvjetima izvršena je i simulacija toka kapljevine primjenom programa *VisiMix 2000 Turbulent*.

1. OPĆI DIO

1.1. TEHNOLOŠKA OPERACIJA MIJEŠANJA

Miješanje je tehnološka operacija uzgibavanja materijala, najčešće mehaničkim miješalom, u cilju njegove homogenizacije u koncentracijskom i termičkom smislu, odnosno ubrzanja kemijske reakcije ukoliko je ona moguća te poboljšanje prijenosa tvari i energije. Kao takva je veoma zastupljena u kemijskoj i farmaceutskoj industriji te o njenoj provedbi ovise svojstva konačnih proizvoda. Pokretačka sila miješanja je mehanička energija miješala, a otpor viskoznost kapljevine. Ovisno o broju faza u sustavu koji se miješa, on može biti jednofazan i višefazan.¹

Uobičajen primjer jednofaznog miješanja je onaj mješljivih kapljevina (npr. voda i etanol) u svrhu postizanja odgovarajućeg stupnja izmiješanosti. Ovaj relativno jednostavan oblik miješanja u kojem nema kemijske reakcije ni prijenosa tvari može postati složen ukoliko su velike razlike između gustoća i viskoznosti kapljevina.

Primjeri dvofaznog miješanja su sustavi krutina-kapljevina (suspendiranje), plin-kapljevina (kontaktiranje plina i kapljevine) te miješanje nemješljivih kapljevina (npr. emulzije). U sva tri slučaja miješanjem se ostvaruje što bolja međufazna površina za prijenos tvari i energije. Kod suspendiranja se to ostvaruje uzgibavanjem kapljevine pri čemu se sprječava taloženje i plutanje čestica kako bi suspendirane čestice imale dovoljno međuprostora za prijenos tvari i reagiranje. Kod kontaktiranja plina i kapljevine se ovi efekti ostvaruju dispergiranjem plina u obliku mjehurića, isto uzgibavanjem kapljevine. U slučaju nemješljivih kapljevina miješanjem se povećava površina između kapljevina.

Trofazno miješanje, iako još nedovoljno istraženo, ima primjenu u nekim reakcijskim sustavima kao kod npr. katalitičkog hidrogeniranja kapljevina. U reaktoru, vodik je raspršen u kapljevini u kojoj su suspendirane i krute čestice katalizatora.²

Poseban slučaj ove operacije je miješanje praškastih materijala, specifičnih po tome što imaju svojstva kapljevina (teku), plina (sitne čestice se

dispergiraju u zraku) i krutina (nestlačivi su). Ipak, mehanizmi miješanja prašaka razlikuju se od onih sustava u kojima je jedna od faza plin ili kapljevina.¹

Pošto se sustavi pri miješanju različito ponašaju, njihovo miješanje može se svrstati u tri kategorije:¹

- ❖ pozitivno miješanje, u sustavima kod kojih dolazi do spontanog miješanja nakon određenog vremena (smjesa plinova i mješljive kapljevine),
- ❖ negativno miješanje, u sustavima koji se vraćaju u početno stanje prestankom miješanja (suspenzije i emulzije),
- ❖ neutralno miješanje, sustavi u kojima nema relativnog gibanja bez dovodenja energije izvana i ne vraćaju se u početno stanje prestankom miješanja (prašci).

Također, miješanje je moguće kategorizirati po režimu strujanja koji je prisutan, pa tako miješanje može biti laminarno ili turbulentno. Postignuti režim ovisi o vrsti miješala, brzini miješanja i viskoznosti kapljevine koja se miješa.

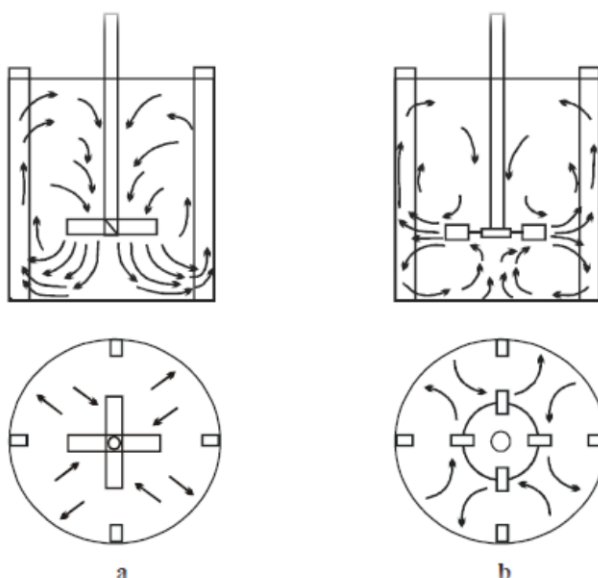
Laminarni ili slojeviti režim strujanja je prisutan kod viskoznih kapljevina, viskoznosti veće od 10 Pa s. Pošto su ovdje otpori strujanju veliki, potrebne su velike količine energije da bi sustav cirkulirao, a samo miješalo mora zauzeti veći dio posude kako bi se ostvarilo gibanje cjelokupne mase kapljevine. Na ovaj način povećava se kontaktna površina miješalo/kapljevina, a uz rotirajuću površinu se stvara veliki gradijent brzine kao i smična naprezanja koja deformiraju elemente kapljevine što dovodi do njihovog stanjivanja i izduženja. Ove pojave omogućavaju bolji prijenos tvari molekularnim mehanizmom, difuzijom.¹

Turbulentno miješanje svojstveno je kapljevinama viskoznosti manje od 10 mPa s, gdje su otpori mali, a velike brzine omogućavaju pojavu inercijskih sila koje poboljšavaju optičaj kapljevine u posudi. Prijenos tvari se ostvaruje vrtložnim mehanizmom, a kaotično gibanje kapljevine pospješuje prijenos topline i količine gibanja u sustavu.^{2,3} Tok ukupne mase kapljevine koji generira mehaničko miješalo je najčešće ovog tipa.

1.1.1. Provedba mehaničkog miješanja








Miješanje se najčešće odvija uzgibavanjem kapljevine mehaničkim miješalom u dimenzioniranim posudama. Dimenzije posude se razlikuju, ovisno o prirodi sustava koji se miješa. Dno posude može biti ravno ili zaobljeno, tako da ne postoji problem kutova u koje se mogu zavući čestice i područja do kojih tokovi kapljevine ne dopijevaju. Visina stupca kapljevine je otprilike jednaka promjeru posude. Miješalo je postavljeno na osovinu koja je povezana s elektromotorom. Dodaci poput cijevi za ulazne i izlazne tokove materijala, razbijala virova, izmjenjivači topline i termometri su također često prisutni.²

Miješala se, s obzirom na tok kapljevine koji stvaraju, dijele na dvije skupine: ona koja stvaraju tok kapljevine paralelan sa osovinom, te ona čiji je tok kapljevine okomit na osovinu tj. radijalan (*slika 1*). Prva skupina miješala su aksijalnog, a druga radijalnog toka. S obzirom na tok kapljevine koji generiraju, miješala se mogu svrstati u homologne, geometrijski slične serije (*tablica 1*). Izbor miješala najviše ovisi o viskoznosti kapljevine koja se miješa, a zatim o traženoj kvaliteti izmješanosti i veličini posude.^{1,2}



Slika 1. Aksijalan (a) i radijalan (b) tok kapljevine u posudi za miješanje⁴

Tablica 1. Osnovni tipovi miješala

NAZIV MIJEŠALA	OBLIK MIJEŠALA	TOK KAPLJEVINE
Turbinsko miješalo s ravnim lopaticama		Radijalan
Turbinsko miješalo s lopaticama pod nagibom		Radijalno-aksijalan
Turbinsko miješalo s diskom i ravnim lopaticama tzv. „Rushtonova turbina“		Radijalan
Turbinsko miješalo sa zakrivljenim lopaticama		Radijalan
Propelersko miješalo		Aksijalan
Spiralno miješalo		Aksijalan, s izraženom tangencijalnom komponentom strujanja
Sidrasto miješalo		Radijalan, s izraženom tangencijalnom komponentom strujanja

Miješala koja stvaraju radijalan tok kapljevine usmjeravaju kapljevinu prema stijenci posude, odakle se ona dijeli na dvije struje. Jedan dio kapljevine struji prema površini posude, a dio prema dnu, nakon čega ponovno ulaze u os vrtnje.

S druge strane, ona s aksijalnim tokom stvaraju tok paralelan s osovinom. Dio kapljevine struji niz osovinu miješala prema dnu, a uzlazni dio struji uz stijenku posude prema površini. I u jednom i u drugom tipu miješala dolazi do poteškoća u radu pri nastanku virova.

Navedeni problem virova nastaje kao posljedica tangencijalnog toka kapljevine pri velikim brzinama miješanja. Rezultati njihovog djelovanja najčešće nisu pogodni za konačan proizvod. Kod suspendiranja, centrifugalna sila kao rezultat djelovanja vira, odbacuje čestice prema površini kapljevine, odakle one padaju prema središnjem dijelu dna posude, te umjesto da se rasprše, one se koncentriraju u zoni ispod miješala. Također, pri visokim brzinama, vrtlog može doći toliko duboko da dosegne miješalo, pri čemu zrak iz atmosfere dopijeva u smjesu koja se miješa.²

Nastajanje vrtloga se može spriječiti postavljanjem miješala pod kutem ili izvan centra posude, te najčešće ugradnjom razbijala. Razbijala su vertikalne trake postavljene okomito na plašt posude, a širina im je 1/10 ili 1/12 promjera posude. Razbijalo djeluje na način da spriječava tangencijalni tok kapljevine, bez da utječe na radijalni ili aksijalni. Pri izradi razbijala treba obratiti pozornost na njegov dio koji se nalazi blizu dna posude, kako bi se izbjegle „mrtve zone“ u kojima ne dolazi do miješanja nego do zavlčenja materijala koji se suspendira.^{1,2}

Aksijalnim i radijalnim gibanjem kapljevine se odvija tzv. makroskopsko miješanje, a na mikro razini ono je kontrolirano molekularnom difuzijom, koja je posljedica turbulencije proizvedene djelovanjem miješala i razbijala virova. Makroskopski aspekt je bitan za dobivanje homogenih smjesa mješljivih kapljevina, a mikroskopski za prijenosne pojave pod utjecajem viskoznosti fluida.

1.1.2. Snaga miješanja

Bitan čimbenik koji treba uzeti u obzir pri konstruiranju sustava za miješanje je i utrošak snage miješanja. Za procjenu snage pri određenoj brzini miješala koriste se izrazi koji povezuju snagu miješanja s fizičkim veličinama koje se pojavljuju u sustavu, a ti izrazi se dobiju dimenzijskom analizom korištenih veličina. Pri tome trebaju biti poznate dimenzije posude i miješala, udaljenost između miješala i dna posude, visina stupca kapljevine, te dimenzije razbijala virova, ukoliko se koriste, jer i ovi faktori utječu na konačan utrošak snage.²

Veličine koje se analiziraju su promjer miješala D_a , dinamička viskoznost kapljevine μ_L , njezina gustoća ρ_L , brzina vrtnje miješala N , te gravitacijsko ubrzanje g , ukoliko nisu postavljena razbijala virova. Razlog tome je što vir podiže dio kapljevine iznad ravnotežnog položaja, pri čemu treba savladati silu teže. Stoga se ona uzima u obzir samo u sustavima bez razbijala virova.²

Snaga miješanja prikazana kao funkcija navedenih veličina je:

$$P = f(D_a, \mu_L, \rho_L, N, g), \quad (1)$$

iz čega se dimenzijskom analizom dobiva izraz:

$$N_p = K \cdot (N_{Re})^m \cdot (N_{Fr})^n, \quad (2)$$

u kojem je $N_p = P / (\rho_L \cdot N^3 \cdot D_a^5)$ značajka snage miješanja, K konstanta ovisna o navedenim geometrijskim karakteristikama sustava, $N_{Re} = \rho_L \cdot N \cdot D^2 / \mu$ modificirana Reynoldsova značajka strujanja, a $N_{Fr} = D_a \cdot N^2 / g$ Froudova značajka. Da bi se grafički jednostavnije prikazale međuovisnosti navedenih značajki, N_{Fr} značajka se prebacuje u nazivnik s lijeve strane, te *jednadžba* (2) izgleda:

$$N_p / N_{Fr}^n = K \cdot N_{Re}^m \quad (3)$$

odnosno

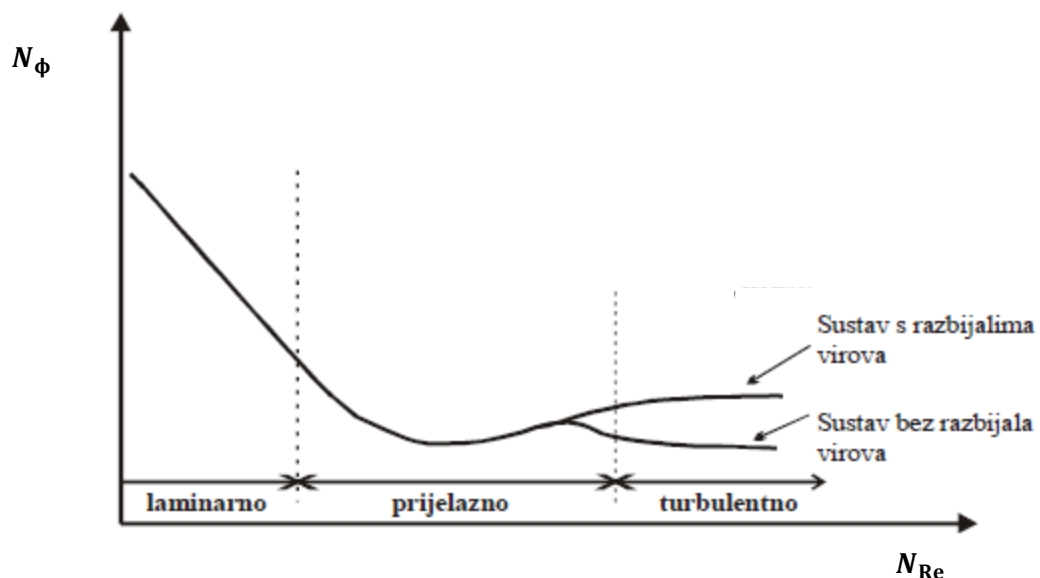
$$N_{\phi} = K \cdot N_{Re}^m \quad (4)$$

gdje je N_{ϕ} značajka funkcije snage.

Kod sustava gdje ne dolazi do vrtloženja, tj. sa razbijalima virova i pri laminarnom režimu strujanja, sila teže se može zanemariti, pa je eksponent m značajke 0. Tada ona iznosi 1, a prethodna jednačba izgleda :

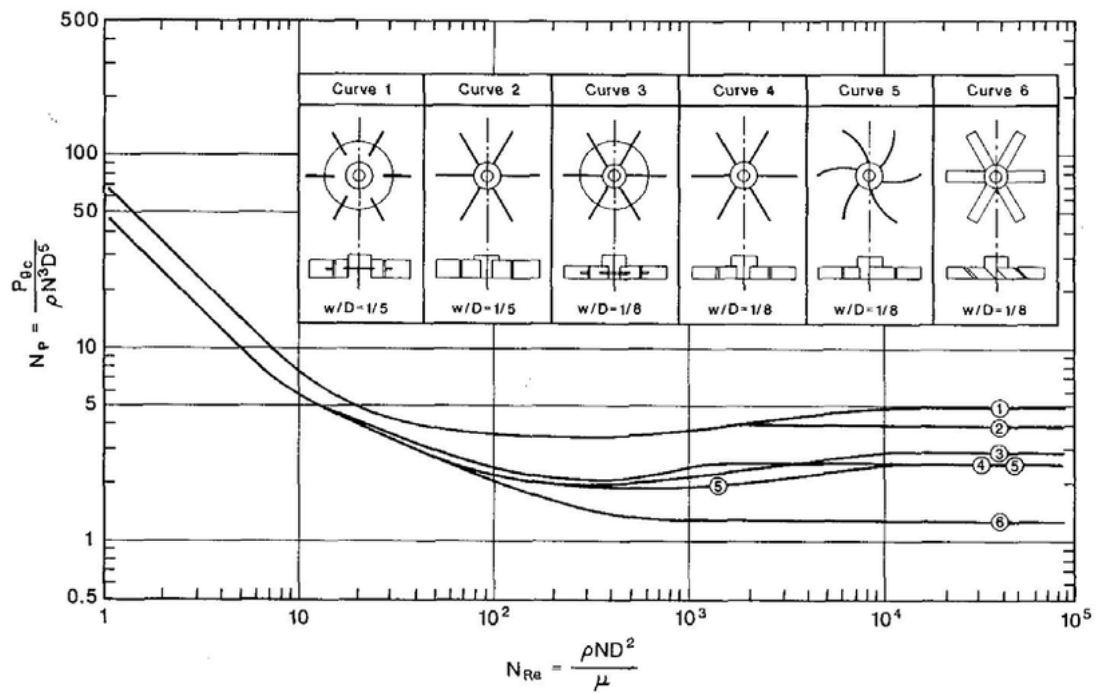
$$N_{\phi} = N_p = K \cdot N_{Re}^m, \quad (5)$$

iz čega se vidi da je funkcija snage jednaka značajci snage. Grafički prikaz tzv. „krivulje snage“ koja pokazuje odnos između N_{ϕ} i N_{Re} dan na *slici 2*:

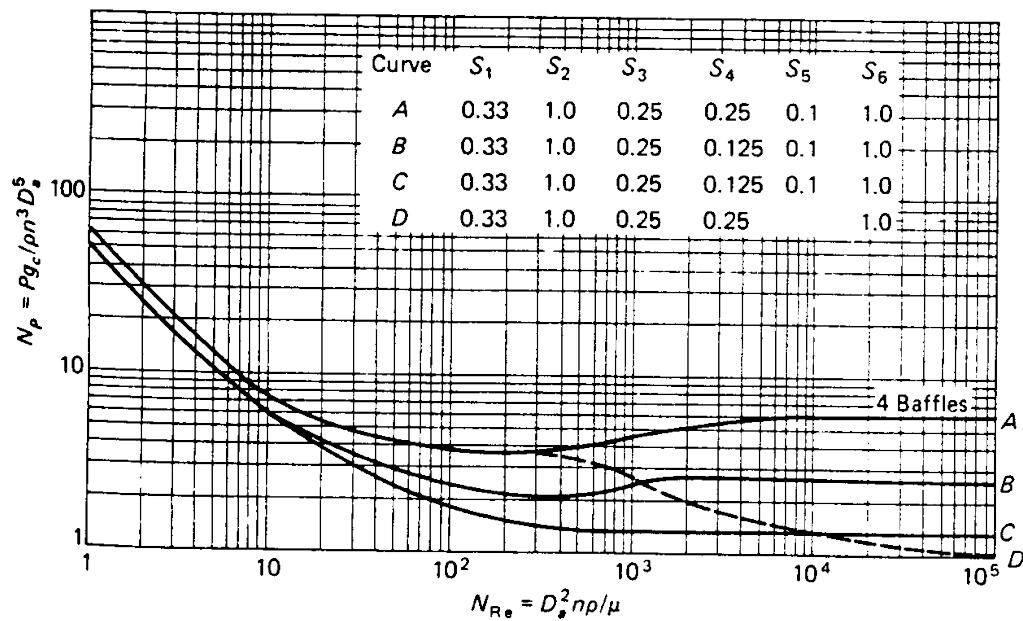


Slika 2. Općeniti izgled „krivulje snage“⁴

Za svaki tip i oblik miješala, kao i za geometrijske karakterisitke sustava postoji specifična krivulja, koju je, ukoliko je nema u literaturi, moguće odrediti provođenjem eksperimentalnih mjerenja te snimanjem dobivene krivulje za određene geometrijske konfiguracije miješala i ostale opreme za miješanje (*slike 3 i 4*).



Slika 3. „Krivulje snage“ za različite tipove miješala⁶



Slika 4. „Krivulje snage“ turbinskih miješala sa različitim omjerima dimenzija opreme za miješanje (od S_1 do S_6). Redom su to omjeri promjera miješala i reaktora, udaljenosti miješala od dna posude i promjera posude, širina lopatica i promjer miješala, duljina lopatica i promjera miješala, širina razbijala virova i promjera posude, te visine stupca kapljevine i promjera posude²

1.1.3. Suspendiranje čestica

Čestice krutina se suspendiraju u kapljevinaama iz više razloga. Neki od njih su postizanje homogene napojne smjese za razne procese, bolje otapanje krutina, kataliziranje kemijske reakcije ili poboljšanje rasta kristala iz prezasićene otopine. S obzirom na odnose između gustoća kapljevine i krutih čestica, razlikujemo suspendirajuće čestice koje su plutajuće (gustoće manje od gustoće kapljevine), te sedimentirajuće (gustoće veće od gustoće kapljevine). Bez obzira na svojstva čestica, za postizanje ujednačenog sustava potrebno je miješanje.²

Suspendiranje se najčešće provodi aksijalnim miješalima u miješalicama Rushtonovih dimenzija, što znači da je visina kapljevine jednaka promjeru posude ($H=d_t$). Također su uključena četiri razbijala virova, a dno posude je zaobljeno. Promjer miješala je jednak trećini promjera posude ($D_a=1/3 \cdot d_t$). Pri suspendiranju sedimentirajućih čestica miješalo se postavlja blizu dna posude, a u slučaju plutajućih odmah ispod površine kapljevine.

S obzirom na razinu homogenosti, suspenziju je moguće podijeliti na njena stanja. Tako postoje stanja nepotpune, potpune, intermedijalne homogene suspenzije.

Stanje nepotpune suspenzije obilježavaju nakupine koje mogu ili mirovati ili se povremeno obnavljati na dnu miješalice. U slučaju plutajućih čestica, one se regeneriraju na površini kontinuirane faze. Kod spremnika sa napojnom smjesom manje količine mirujućih nakupina i ne predstavljaju veliki problem, dokle god njihov broj ne raste i ne zgrudnjavaju se. Ipak, za kristalizaciju ili kemijsku reakciju, one su nepoželjne.

Kod stanja potpune suspenzije sve čestice su iznad dna posude, odnosno ispod površine kapljevine, a ukoliko su u stanju mirovanja, ono ne traje dulje od nekoliko sekundi. To znači da je cijela površina čestica u kontaktu s kapljevinaom, te je ostvariv prijenos tvari i topline, kao i kemijska reakcija. Da bi se čestice dovele u ovo stanje, potrebna je minimalna brzina pri kojoj su one sve „upravo suspendirane“ (*eng. just suspended*), oznake N_{JS} .²

Za izračun N_{JS} koristi se Zwieteringova korelacija⁷:

$$N_{JS} = \frac{s \cdot x_{sr}^{0.2} \cdot \mu_L^{0.1} \cdot (g \cdot \Delta\rho)^{0.45} \cdot \omega_p^{0.13}}{\rho_L^{0.55} \cdot D_a^{0.85}}, \quad (6)$$

gdje je: s – geometrijski faktor

x_{sr} – srednja veličina čestica

μ_L – dinamička viskoznost kapljevine

$\Delta\rho$ – razlika između gustoća čestica i kapljevine

ω_p – omjer mase čestica i mase kapljevina x 100

ρ_L – gustoća kapljevine

D_a – promjer miješala

Korelacija se temelji na mjernim podacima dobivenim za pet tipova miješala korištenih u šest posuda za miješanje promjera od otprilike 0,15 m do 0.6 m. Pošto uključuje velik broj varijabli i daje dobre procjene, pokazala se veoma pouzdana.^{1,2}

Stanje potpune suspenzije može se procijeniti „vizualnim metodama“. Jedna od njih je i ona Zwieteringova⁷, po kojoj stanje potpune suspenzije nastaje kada se ni jedna čestica ne zadržava na dnu posude dulje od 1 do 2 sekunde. Nedostatak ove metode je taj što je promatranje ograničeno na dno posude, pri čemu ne znamo kakvo je stanje u ostalim dijelovima posude. Kao alternativa postoji metoda Eienkela i Mersmanna⁸. Kod njih, dosegnuta određena visina oblaka suspenzije (međupovršine kapljevito/čvrsto) signalizira stanje potpune suspenzije, tj. kada ona iznosi 90% visine kapljevine. Kod plutajućih čestica, Joosten i suradnici⁹ smatraju da potpuna suspenzija nastaje uklanjanjem nakupina čestica sa površine kapljevine.

U intermedijalnom stanju čestice se zadržavaju čak i kraće od vremenskog perioda svojstvenom potpunoj suspenziji, a takvo stanje sustava

je poželjno u procesima kod kojih jemoguće stvaranje aglomerata (npr. polimerizacijski procesi).

Pri brzinama miješanja mnogo većim od onih potrebnih za potpunu suspenziju, ne može se uočiti područje čiste kapljevine pri vrhu posude te se suspenzija čini koncentracijski i dimenzijski ujednačena, odnosno homogena. Ipak, moguće je postojanje koncentracijskog gradijenta, posebno ako je raspon dimenzija čestica velik. Osim toga, potreban je i veliki utrošak snage miješala da bi se sustav doveo, ali i zadržao u ovom stanju, pa je stopostotna homogena suspenzija u stvarnosti teško ostvariva. Stanje homogene (ili stanje približno njemu) suspenzije je obično potrebno kod kontinuiranih procesa u kojima se zahtijeva jednolikost koncentracije i raspodjele čestica u miješalici i izlaznom toku.^{1,2}

1.2. IONSKA IZMJENA

Postupak kojim se upotrebom ionskih izmjenjivača vežu ioni iz otopine, a otpušta ekvivalentna količina iona izmjenjivača zove se ionska izmjena. Ionski izmjenjivači su najčešće visokopolimerni spojevi, ali postoje i mineralni. Oni imaju svojstvo da vežu ione iz otopine, a pri tome oslobađaju jednaku količinu iona istog naboja. Ion ionske smole sadrži različite trodimenzionalne kopolimerena koje je vezana ionska skupina. S obzirom na ione koje izmjenjuju, mogu biti pozitivnog ili negativnog naboja.

Prema kemijskom sastavu, izmjenjivači mogu biti organski ili anorganski, te prirodni ili sintetski. Mogu biti različitog oblika, kao npr. cijevi, kuglica, vlakana, itd. Prirodni anorganski izmjenjivači su gline (npr. montmorilonit) i zeoliti (npr. analcit i kabazit), a sintetski gel permititi (za mekšanje vode). Prirodni organski su npr. ugljen, te hidrofilna i porozna brzoizmjenjujuća celuloza koja može biti neobrađena ili obrađena uvođenjem izmjenjivačkih skupina. U modernoj laboratorijskoj praksi prirodni ionski izmjenjivači zamijenjeni su sintetičkim i to od polovice 20. stoljeća.¹⁰

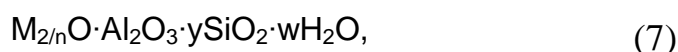
Karakteristično svojstvo ionskog izmjenjivača je da on bubri i to iz dva razloga. Jedan je zbog visokih koncentracija iona u porama izmjenjivača koji solvatiziraju, a drugi zbog elektrostatskog odbijanja iona istog naboja. Također, bubrenje ovisi i o prirodi protuiona, te veličini njihovog ionskog naboja. Bubrenjem ionskog izmjenjivača u vodi on postiže strukturu hidrofilnog gela, što ubrzava ionsku izmjenu.^{10,11}

Još jedna bitna karakteristika izmjenjivača je i njihov kapacitet izmjene. On daje kvantitativan podatak o iznosu iona koje je ionski izmjenjivač sposoban izmijeniti po jedinici svoje mase ili volumena, a može biti ukupni i stvarni. Ukupni ili maksimalni kapacitet predstavlja konstantnu vrijednost za određeni izmjenjivač, a stvarni je niži i ovisi o eksperimentalnim uvjetima. Kapacitet izmjene se izražava kao mmol izmijenjenog iona po g ili cm³ izmjenjivača.^{15,16}

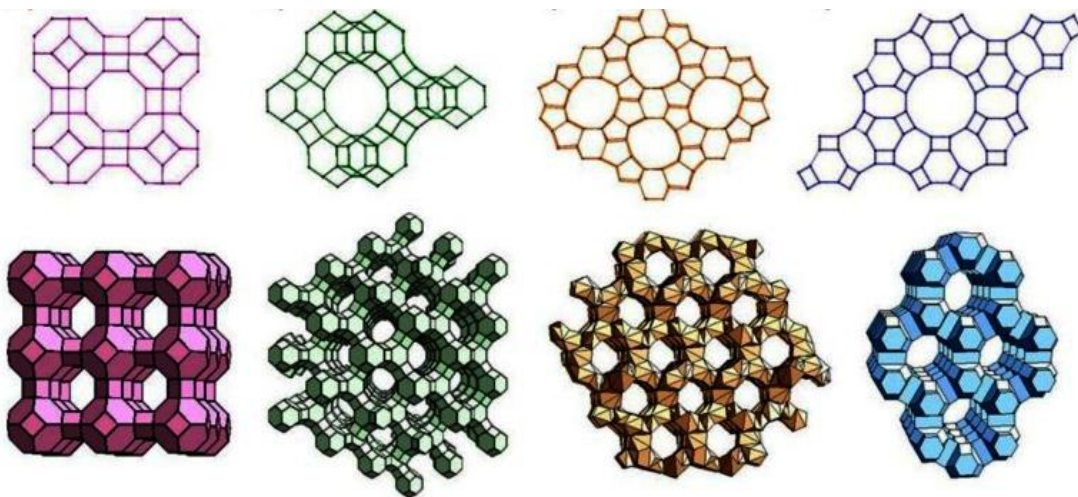
Ionska izmjena se najčešće koristi za prečišćavanje različitih otopina, lijekova, omekšavanje ili demineraliziranje vode. Osim u obradi vode, upotrebljava se kod prerade kiselog vina i jako kiselih voćnih sokova s ciljem smanjenja kiselosti te u industriji margarina i ulja gdje se odstranjuju tragovi teških metala kao npr. nikla, željeza i bakra.^{10,12}

1.2.1. ZEOLITI

Zeoliti (grč. zeo – vriti i lithos – kamen) su termički stabilni alumosilikati metala prve i druge skupine PSE (npr. natrij, magnezij, kalij, kalcij) trodimenzionalne kristalne strukture, a prikazuju se pomoću empirijske formule:



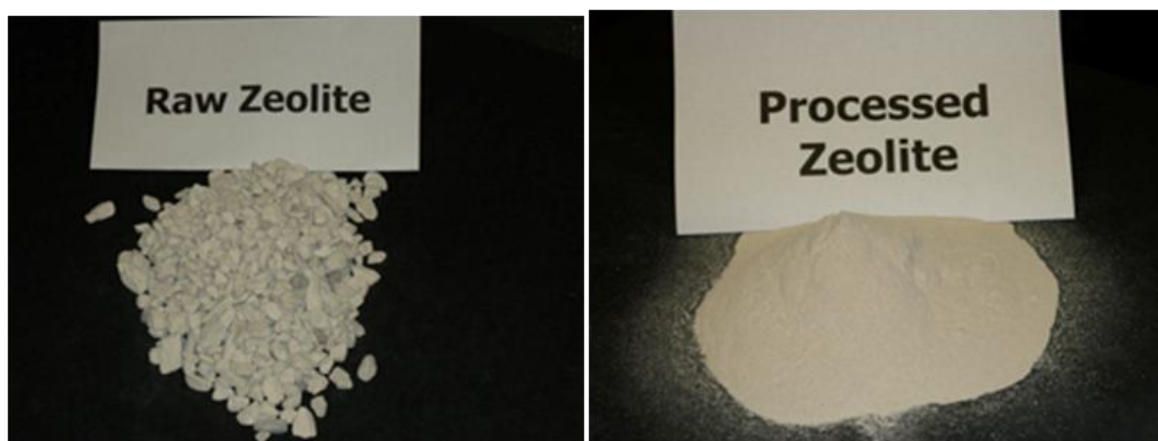
gdje je n broj valencije metala, y broj SiO₂ gradivnih jedinica i iznosi od 2 do 10, a w voda sadržana u šuplinama zeolita. Zeoliti mogu biti sintetički ili prirodni.



Slika 5. Neki od mogućih izgleda kristalne rešetke zeolita¹³

Njihova kristalna struktura sastoji se od dugih trodimenzionalnih tetraedarskih jedinica $[AlO_4]^{-5}$ i $[SiO_4]^{-4}$ međusobno povezanih zajedničkim atomima kisika koje tvore pore jednakih veličina i molekulskih dimenzija. Te pore selektivno adsorbiraju molekule koje prođu kroz njih, a izuzimaju one koje

su prevelike. Na ovaj način zeoliti djeluju kao molekulska sita. Također, kationi prisutni u njihovoj strukturi reverzno se izmjenjuju sa drugim kationima iz polarnih molekula, pošto su labavo vezani za šupljine u zeolitu. Baš zato što se kationi u njima labavo vežu i lako se izmjenjuju, zeoliti imaju izražena protodonorska svojstva, što ih čini i dobrim katalizatorima za razne, ali najčešće petrokemijske procese. Upravo ova svojstva molekulskih sita, katalizatora i ionskih izmjenjivača omogućuju široku primjenu zeolita, kao npr. za proizvodnju deterdženata, rafiniranje nafte, u petrokemijskoj industriji, te u agrikulturi i hortikulturi kao i obradi voda.



Slika 6. Neobrađeni i usitnjeni zeolit¹⁴

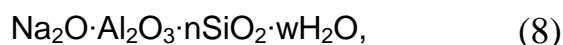
Povijest zeolita seže još od 1756. godine kada je švedski mineralog Cronstedt proučavao prvi poznati zeolit, stilbit. Primijetio je da se njegovim zagrijavanjem oslobađa vodena para, pa je odatle zeolit i dobio svoj naziv, koji bi doslovno značio „kamen koji vrije“. Nakon toga, skoro 200 godina su bili zanemareni, da bi prvom polovicom 20. stoljeća opet postali predmet interesa i to s ciljem njihovog sintetiziranja, koji je i ostvaren 40-ih godina najviše zaslugom Amerikanca Barrera, a prvu komercijalnu uporabu (zeoliti tipa A, X i Y) su imali krajem 50-ih godina u preradi nafte. Do kraja 20. stoljeća, izdano je skoro 3600 publikacija vezanih za zeolite, a opseg područja stvarne i moguće primjene zeolita je višestruko narastao.

Najviše prirodnih zeolita troše Kina i Kuba, i to za poboljšanje kvalitete cementa, a sintetičkih SAD, zemlje Zapadne i Istočne Europe, te Japan,

najviše u proizvodnji deterdženata za odjeću kao omekšivači vode gdje zamjenjuju natrijeve tripolifosfate, pošto visoka koncentracija polifosfata u rijekama i jezerima uzrokuje nekontroliran rast algi na površini vode. Sintetički imaju veći komercijalni značaj od prirodnih zbog lakše dostupnosti, pogotovo u preradi nafte i kemijskim procesima gdje imaju ulogu selektivnih adsorbenata, katalizatora i ionskih izmjenjivača, te se vrijednost njihove industrije procjenjuje na 2 bilijuna USD.¹⁵

1.2.1.1. Zeolit NaX

NaX je sintetički zeolit koji spada među zeolite s nižim udjelom silicijevog dioksida u strukturi. Sintetički je analog prirodnog zeolita faujazita, te uz NaY spada u zeolite tipa FAU, općenite formule:



gdje je n omjer silikata i aluminata i za NaX iznosi od 2 do 3, a w količina vode u zeolitu. Odlikuje se porama velikih promjera i visokim udjelom natrija. Zbog ovih svojstava ima primjenu u industriji kao adsorbent, katalizator i ionski izmjenjivač.¹⁶

Tradicionalno se dobiva iz kaolina koji pripada grupi minerala poznatijima kao gline. Sinteza se odvija kroz dva stupnja. Prvi je toplinska aktivacija kaolina na visokoj temperaturi (400-1000°C), pri čemu se dobiva produkt zvan metakaolin, te se ovaj stupanj zove metakaolinizacija. Drugi je zeolitizacija, reakcija metakaolina u lužnatoj sredini, sa SiO_2 u suvišku, koji pospješuje kristalizaciju zeolita. Na sam prinos produkta utječe temperatura pri kojoj se vrši metakaolinizacija.^{16,17}

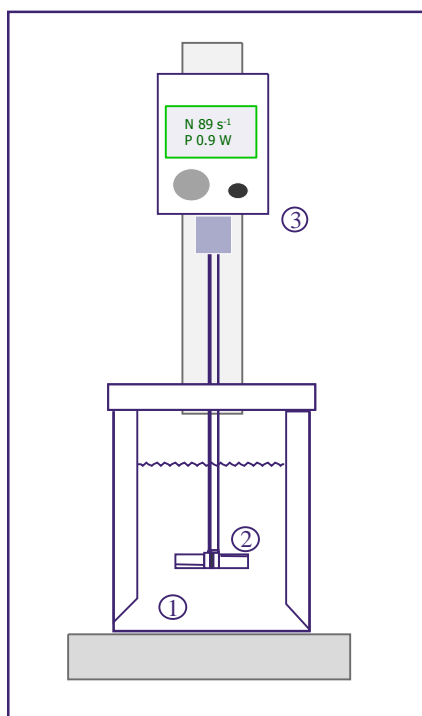
Kao i svi zeoliti klase FAU, zeolit NaX najčešće se koristi kao ionski izmjenjivač, adsorbent i katalizator, te kao takav ima primjenu kao pročišćivač zraka od spojeva sumpora, rashladni agens, za odvajanje smjesa ugljikovodika, itd.¹⁶

2. EKSPERIMENTALNI DIO

2.1. METODOLOGIJA

2.1.1. Opis aparature za provedbu eksperimenata

Aparatura kojom se vršilo suspendiranje čestica zeolita u otopini bakrovog(II) nitrata i mjerilo kritičnu brzinu vrtnje i zakretni moment potrebne za računanje utrošene snage prikazana je na *slici 7*.



Slika 7. Aparatura za provedbu miješanja

(1 – reaktor; 2 – miješalo; 3 – miješalica)

Aksijalni tok kapljevine u sustavu razvijen je turbinskim miješalom s lopaticama nagnutim pod kutom od 45° (eng. PBT) promjera 0,065 m, a njegove karakteristike su prikazane u *tablici 2*.

Suspendiranje se provodilo u prozirnom staklenom reaktoru radi lakšeg promatranja stanja suspenzije, a njegove karakteristike su prikazane na *slici 8*.

Tablica 2. Geometrijske karakteristike aksijalnog turbinskog miješala s četiri lopatice pod kutem od 45° (tzv. PBT miješalo)

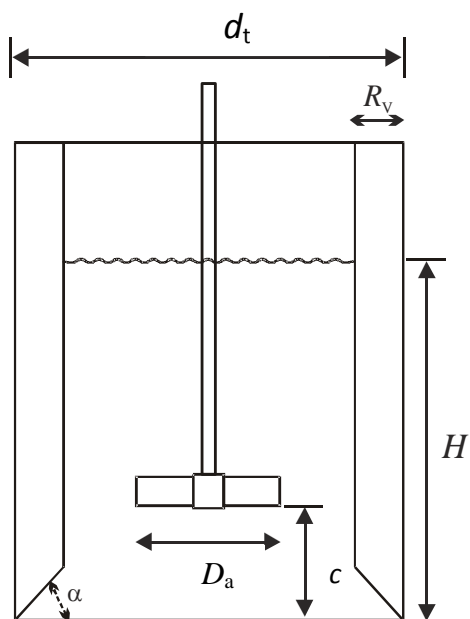
TIP MIJEŠALA	Turbinsko miješalo s lopaticama pod nagibom
ENGLESKI NAZIV	Pitched - blade turbine
KRATICA KORIŠTENA U RADU	PBT
TOK KAPLJEVINE U POSUDI ZA MIJEŠANJE	Radijalno - aksijalan
BROJ LOPATICA MIJEŠALA	4
PROMJER MIJEŠALA (D_a)	0,065 m
NAGIB LOPATICA MIJEŠALA	45°
ŠIRINA LOPATICA MIJEŠALA	$0.19 D_a$

Promjer reaktora, d_t iznosio je 0,14 m. S njegove unutarnje strane nalazila su se razbijala virova standardnih dimenzija ($R_v=d_t/10$), postavljena pod kutem od 90° . Dio razbijala koji je blizu dna posude izveden je pod kutem od 45° zbog sprječavanja nastajanja tzv. „mrtvih zona“ do kojih kapljevina ne dospijeva, pa u njima nema miješanja. U ovom radu sagledavan je utjecaj različitih udaljenosti miješala od dna posude, c , na suspendiranje zeolita i utrošak snage miješanja. Tako su parametri promatrani sa pozicija $c=0,1H$, $c=0,4H$ i $c=0,5H$, gdje je H visina stupca kapljevine, u ovom slučaju bakrovog(II) nitrata. Ukupni volumen suspenzije iznosio je $2,14 \text{ dm}^3$.

Regulacija čitavog procesa miješanja ostvarena je pomoću miješalice tipa *Lightnin LB2 LabMaster Mixer* koja ima mogućnost regulacije brzine vrtnje miješala i mjerenja zakretnog momenta.

2.1.2. Provedba eksperimenta

Sa svrhom određivanja utjecaja pozicije aksijalnog miješala na suspendiranje zeolita i utrošak snage miješanja, eksperimenti ovog rada izvođeni su na prethodno opisanoj aparaturi (*slika 7*).



Slika 8. Osnovne geometrijske karakteristike sustava za suspendiranje

Tvar koja se suspendirala je zeolitNaX, čije su čestice karakteristika danih u *tablici 3*.

Tablica 3. Osnovne karakteristike suspendiranih čestica

Čestice zeolita NaX	
d_p (μm)	80
ρ_p (kg/m^3)	1500
γ (kg/m^3)	4,9067
	6,1332
	7,3510
	8,5864

Prvi dio rada odnosio se na ispitivanje utjecaja izabranih pozicija miješala na njegovu brzinu vrtnje potrebnu za postizanje potpune suspenzije zeolita pri različitim masenim koncentracijama. Potom, pri izmjerenim kritičnim brzinama vrtnje miješala određivan je zakretni moment.

Stanje potpune suspenzije tj. minimalna brzina vrtnje potrebna za postizanje navedenog stanja, N_{JS} određivana je Zwieteringovom vizualnom metodom opisanom u dijelu 1.1.3. S obzirom na subjektivnost metode, svako mjerenje N_{JS} izvršeno je deset, a zakretnog momenta tri puta, nakon čega je izračunata njihova srednja vrijednost.

Snaga miješanja pri stanju potpune suspenzije (P_{JS}) određivana je kao umnožak aritmetičkih vrijednosti N_{JS} i τ kod različitih pozicija miješala i masa zeolita po izrazu:

$$P = \tau \cdot N_{JS} \cdot 2\pi \quad [W=Nm \cdot s^{-1}] \quad (9)$$

Izračunata snaga je izražena po masi suspenzije izračunate iz njenog volumena i gustoće.

Da bi se dobio što bolji uvid u hidrodinamička zbivanja u sustavu, izvršena je simulacija toka suspenzije u miješalici uporabom programskog paketa *VisiMix 2000 Turbulent*.

3. REZULTATI RADA

3.1. Određivanje brzine vrtnje potrebne za postizanje potpune suspenzije pri različitim pozicijama miješala

U prvom dijelu rada određivana je brzina vrtnje miješala pri kojoj se u sustavu ostvarilo stanje potpune suspenzije zeolita NaX i to pri četiri različite udaljenosti miješala od dna posude. Sva ispitivanja provedena su u aparaturi prikazanoj na *slici* 7. Stanje potpune suspenzije određivano je primjenom Zwieteringove vizualne metode 1s. S obzirom na subjektivnost rezultata mjerenja za svaku poziciju miješala, kritična brzina vrtnje miješala izmjerena je najmanje 10 puta, a potom je izračunata njezina aritmetička vrijednost.

Prilikom ispitivanja utjecaja pozicije miješala na stanje potpune suspenzije zeolita miješalo je bilo postavljeno na sljedećim udaljenostima od dna posude:

$$c_1 = 0,015 \text{ m} \quad (c_1/H = 0,1)$$

$$c_2 = 0,043 \text{ m} \quad (c_2/H = 0,3)$$

$$c_3 = 0,057 \text{ m} \quad (c_3/H = 0,4)$$

$$c_4 = 0,071 \text{ m} \quad (c_4/H = 0,5)$$

Suspendiranje čestica zeolita, srednjeg promjera $d_p=80\mu\text{m}$, provodilo se u otopini bakrova(II) nitrata. Masene koncentracije zeolita u otopini iznosile su :

$$\gamma_1 = 4,9067 \text{ g/dm}^3$$

$$\gamma_2 = 6,1332 \text{ g/dm}^3$$

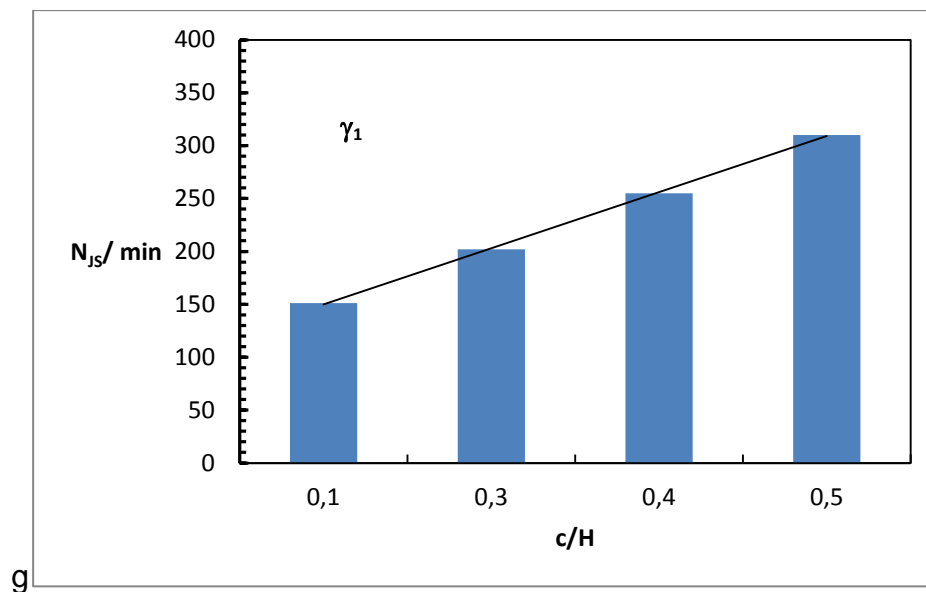
$$\gamma_3 = 7,3510 \text{ g/dm}^3$$

$$\gamma_4 = 8,5864 \text{ g/dm}^3$$

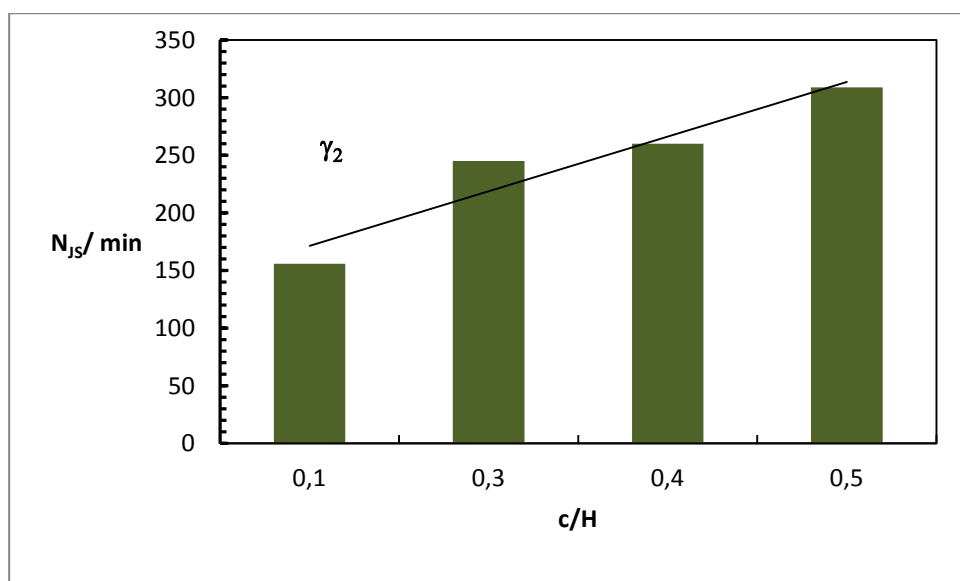
Dobiveni eksperimentalni rezultati prikazani su na *slikama* 9 do 12.

Funkcionalna ovisnost kritične brzine vrtnje miješala o udaljenosti miješala od dna pri ispitivanim koncentracijama zeolita dana je u *tablici* 4.

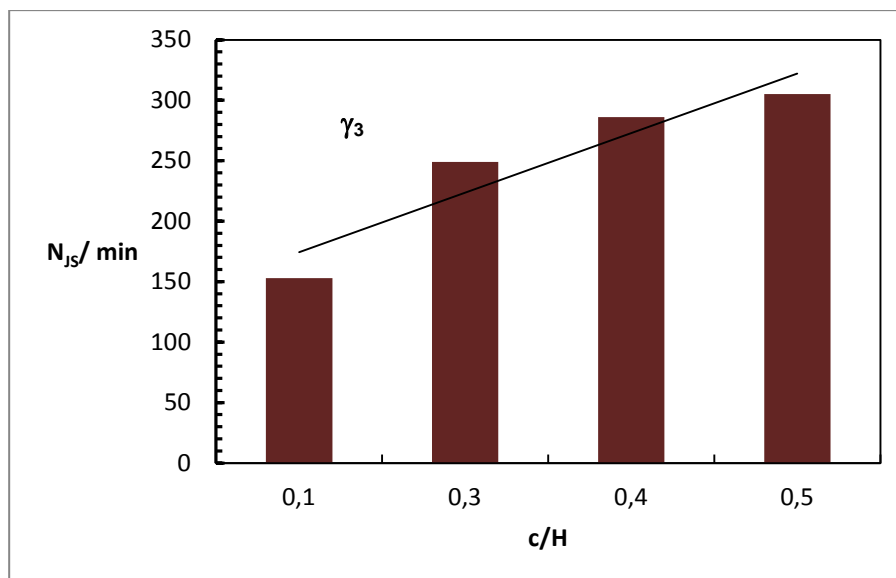
Izvršene simulacije toka suspenzije pri ispitivanim uvjetima u miješalici prikazane su na *slici* 13.



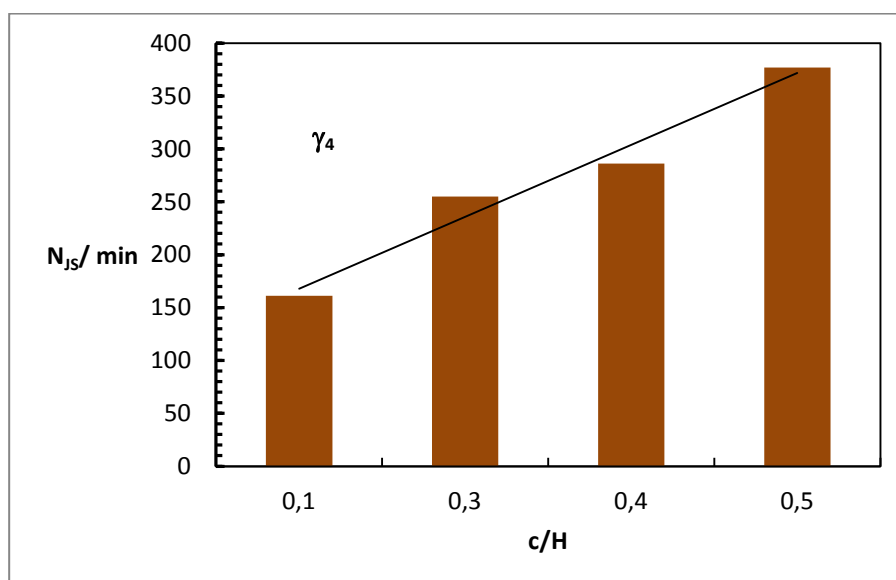
Slika 9. Ovisnost kritične brzine vrtnje, N_{JS} , o udaljenosti miješala od dna posude, c/H , pri γ_1 koncentraciji zeolita



Slika 10. Ovisnost kritične brzine vrtnje, N_{JS} , o udaljenosti miješala od dna posude, c/H , pri γ_2 koncentraciji zeolita



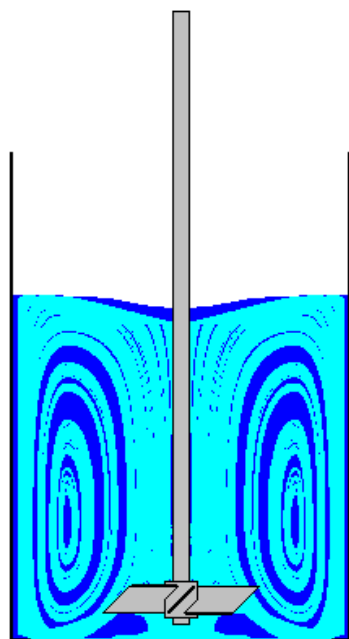
Slika 11. Ovisnost kritične brzine vrtnje, N_{JS} , o udaljenosti miješala od dna posude, c/H , pri γ_3 koncentraciji zeolita



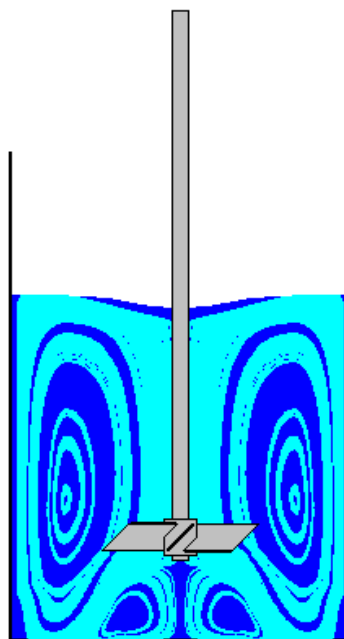
Slika 12. Ovisnost kritične brzine vrtnje, N_{JS} , o udaljenosti miješala od dna posude, c/H , pri γ_4 koncentraciji zeolita

Tablica 4. Funkcionalna ovisnost kritične brzine vrtnje PBT mješala o poziciji mješala pri ispitivanim koncentracijama zeolita

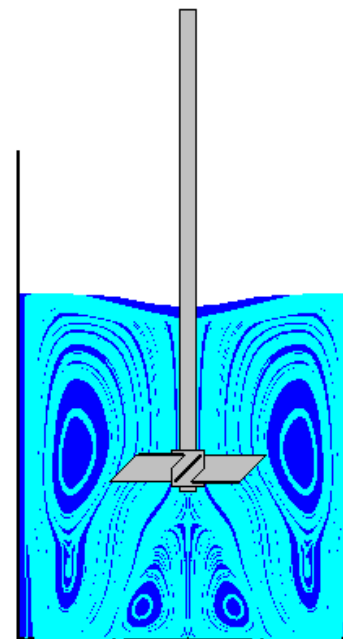
γ_1	$N_{JS} = 372,2 \cdot c/H + 106$ $R^2 = 0,97$
γ_2	$N_{JS} = 369,7 \cdot c/H + 122$ $R^2 = 0,98$
γ_3	$N_{JS} = 390,5 \cdot c/H + 121$ $R^2 = 0,97$
γ_4	$N_{JS} = 512,3 \cdot c/H + 103$ $R^2 = 0,96$



a) $c_1/H = 0,1$



b) $c_2/H = 0,3$



c) $c_4/H = 0,5$

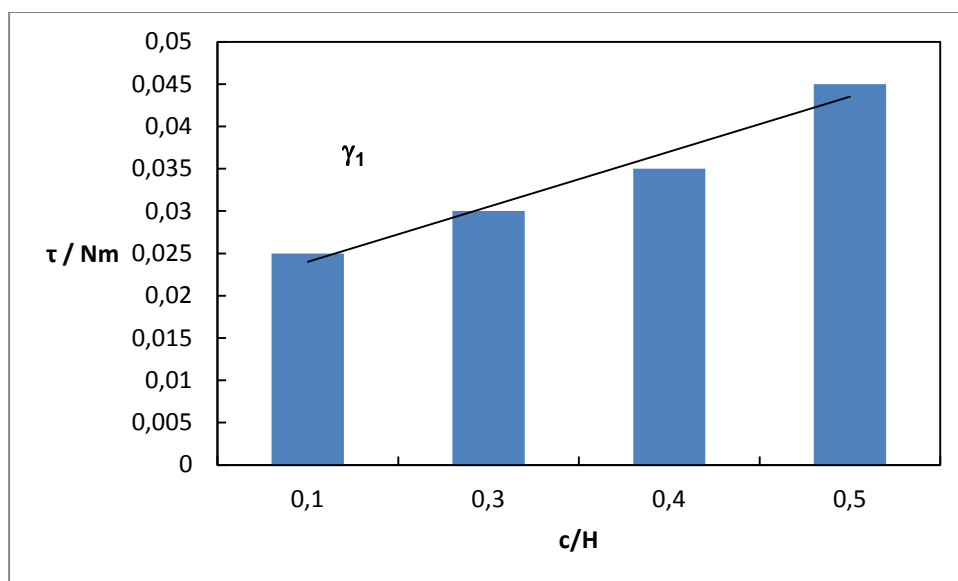
Slika13. Simulacija toka kapljevine pri različitim udaljenostima PBT miješala od dna reaktora

3.2. Određivanje zakretnog momenta miješala pri različitim pozicijama PTD miješala

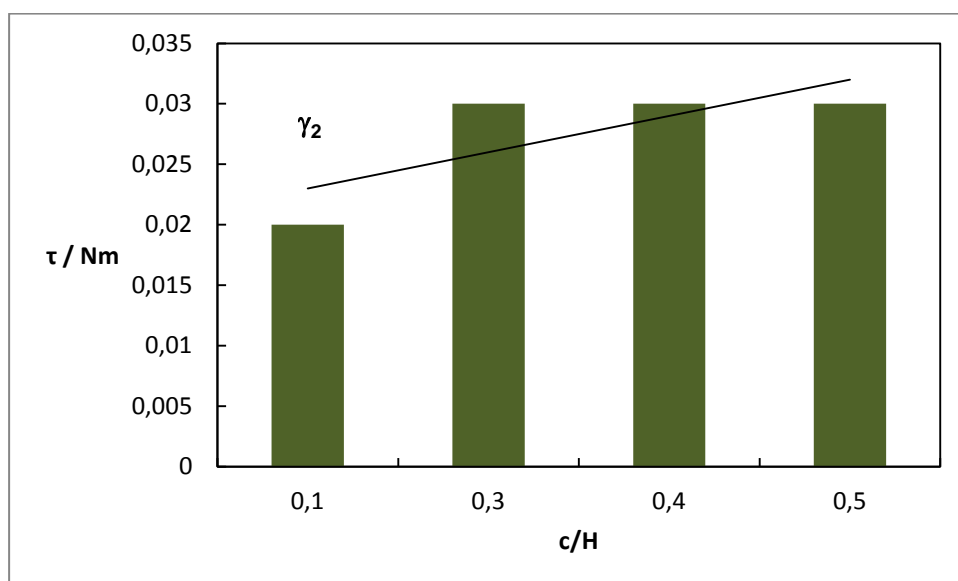
Nakon određivanja brzine vrtnje potrebne da se postigne stanje potpune suspenzije, određen je zakretni moment miješala pri utvrđenim brzinama pri svim korištenim masenim koncentracijama zeolita. Mjerenje je izvršeno na istoj aparaturi kao i stanje potpune suspenzije (*slika 7*). Za svaku poziciju miješala pri određenoj koncentraciji suspenzije su vršena po 3 mjerenja, potom je izračunata srednja vrijednost.

Eksperimentalni rezultati prikazani su kao ovisnost zakretnog momenta o omjeru c/H , a za sve korištene koncentracije zeolita prikazani su na *slikama 14 do 17*.

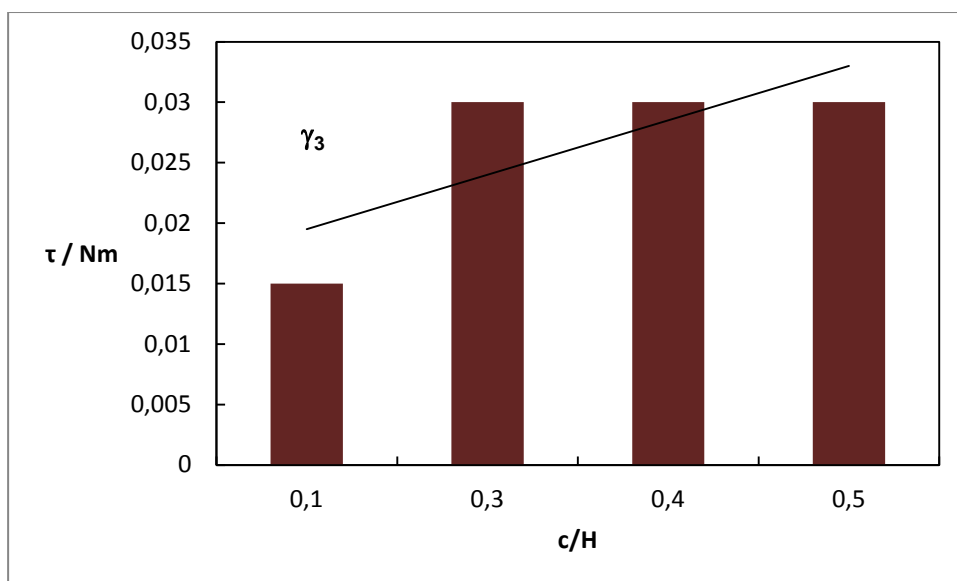
Funkcionalna ovisnost zakretnog momenta o poziciji miješala pri ispitivanim masenim koncentracijama zeolita dana je u *tablici 5*.



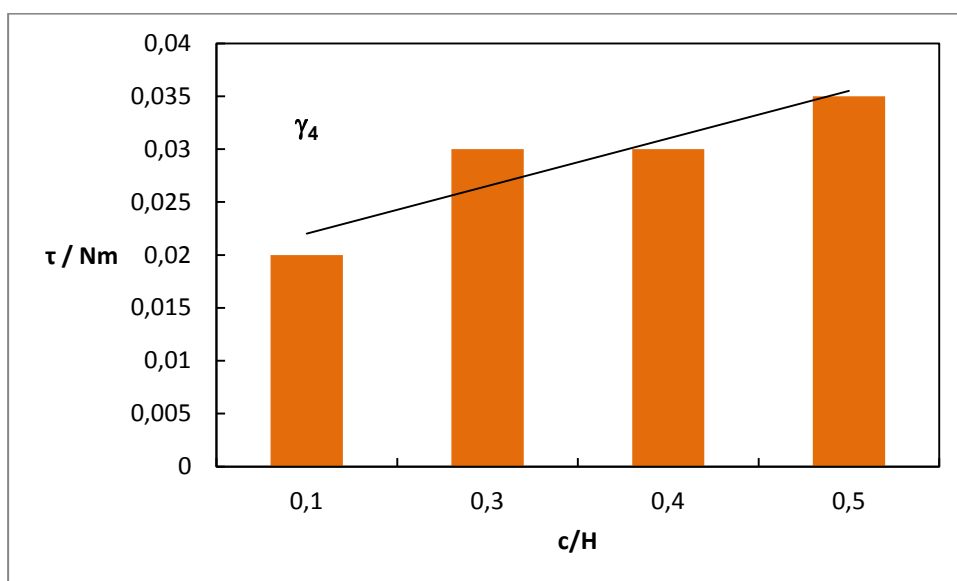
Slika 14. Ovisnost zakretnog momenta, τ , o udaljenosti miješala od dna posude, c/H za koncentraciju, γ_1



Slika 15. Ovisnost zakretnog momenta, τ , o udaljenosti miješala od dna posude, c/H za koncentraciju, γ_2



Slika 16. Ovisnost zakretnog momenta, τ , o udaljenosti miješala od dna posude, c/H za koncentraciju, γ_3



Slika 17. Ovisnost zakretnog momenta, τ , o udaljenosti miješala od dna posude, c/H za koncentraciju, γ_4

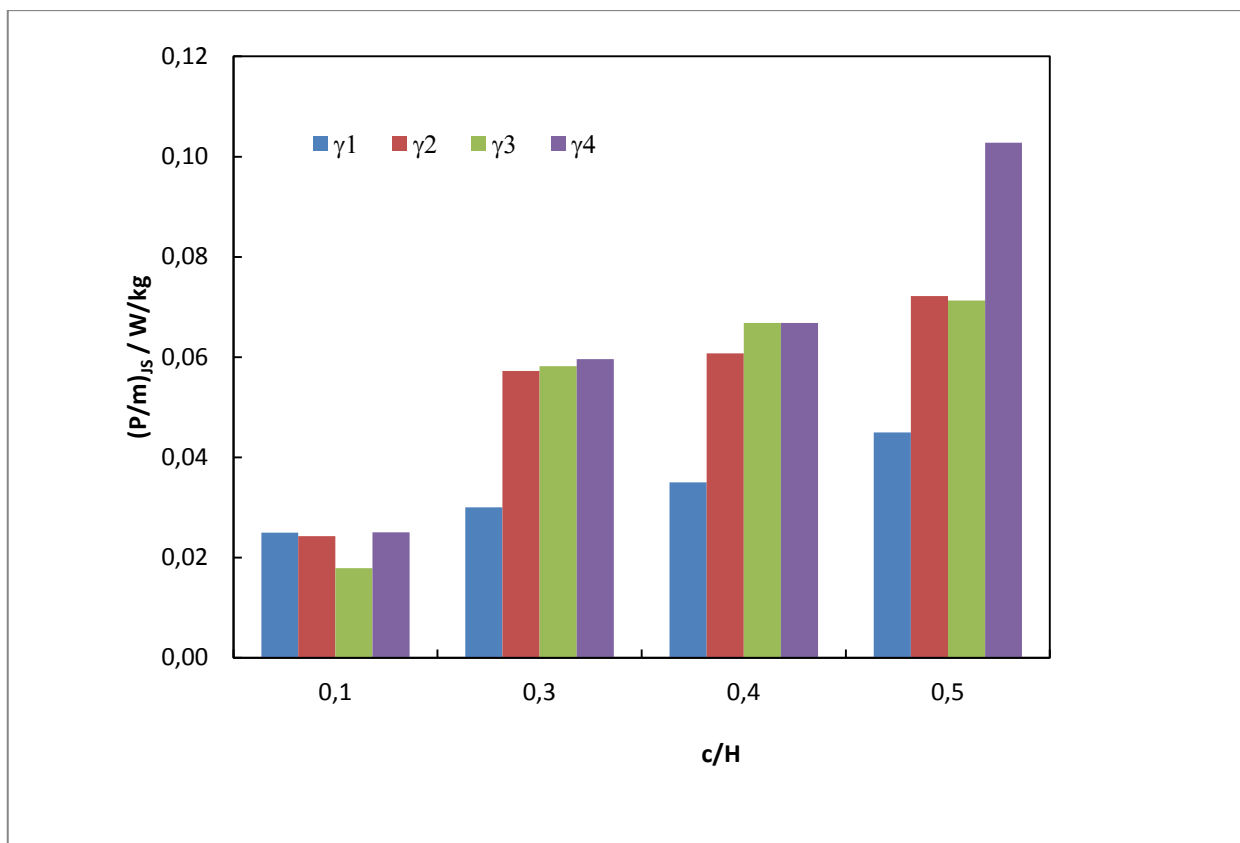
Tablica 5. Funkcionalna ovisnost zakretnog momenta PBT mješala o poziciji mješala pri ispitivanim koncentracijama zeolita

γ_1	$\tau = 0,047 \cdot c/H + 0,018$ $R^2 = 0,89$
γ_2	$\tau = 0,025 \cdot c/H + 0,019$ $R^2 = 0,77$
γ_3	$\tau = 0,038 \cdot c/H + 0,013$ $R^2 = 0,77$
γ_4	$\tau = 0,035 \cdot c/H + 0,017$ $R^2 = 0,94$

3.3. Utrošak snage miješanja potrebne za postizanje potpune suspenzije pri različitim pozicijama miješala

Korištenjem vrijednosti za minimalnu brzinu vrtnje potrebne za postizanje stanja potpune suspenzije i zakretnog momenta pri različitim pozicijama miješala i koncentracijama suspenzije, određen je utrošak snage miješala i to prema *izrazu (9)*.

Dobiveni rezultati za korištene masene koncentracije zeolita prikazani su kao funkcija ovisnosti utroška snage po jediničnoj masi suspenzije o udaljenosti PBT miješala od dna posude na *slici 18*.



Slika 18. Ovisnost snage miješanja o poziciji miješala, c/H , za ispitivane masene koncentracije zeolita

4. RASPRAVA

Miješanje je jedna od najčešće izvođenih operacija u kemijskoj industriji, a primjenjuje se kada se želi pospješiti otapanje određene tvari, ubrzati kemijska reakcija odnosno poboljšati prijenos tvari i energije. Provodi se u jednofaznim ili višefaznim sustavima. U slučaju kad je u sustavu prisutna čvrsta i kapljevita faza miješanjem se nastoji suspendirati čvrste čestice u kapljevini, tj. kontinuiranoj fazi kako bi se postigla maksimalna međufazna površina za prijenos tvari i energije. Suspendiranje se provodi u miješalicama mehaničkim uzgibavanjem smjese pomoću mehaničkog miješala. Geometrijske karakteristika miješalice, tj. posude za miješanje kao i karakteristike miješala značajno utječu na hidrodinamička zbivanja unutar promatranog sustava, a pri tome karakteristike miješala poput tipa miješala, njegove veličina te pozicije imaju najveći utjecaj na strukturu toka miješajuće smjese.

U ovom radu provodilo se suspendiranje zeolita NaX. Zeoliti su alumosilikati metala 1. i 2. skupine PSE veoma zanimljivih kemijskih i fizikalnih svojstava, a mogu biti prirodni ili u ovom slučaju sintetički. Zbog sitnih pora unutar strukture koje djeluju kao sita molekulskih dimenzija te labavo vezanih kationa koji mogu vršiti ionsku izmjenu, imaju široko područje primjene. Koriste se kao selektivni adsorbensi, katalizatori u petrokemijskoj industriji, omekšivači vode u deterdžentima, obradi otpadnih voda i radioaktivnog otpada, kao dodatci prehrani, za poboljšanje tla, itd.

Cilj rada bio je ispitati utjecaj pozicije aksijalnog miješala na postizanje stanja potpune suspenzije zeolita NaX kao i na snagu miješanja koja se pri tome privede. Ova ispitivanja predstavljaju dio ispitivanja u kojima se nastoje naći optimalni uvjeti miješanja za provedbu procesa ionske izmjene iona natrija na zeolitu NaX iz otopine bakrovog(II) nitrata.

Sva ispitivanja provedena su na aparaturi prikazanoj na *slici 7*. Osnovni dio aparature predstavlja stakleni reaktor promjera $d_t = 0,14$ m u kojem su bila postavljena četiri razbijala virova. Omjer visine stupca kapljevine i promjera reaktora, (H/d_t) , iznosio je 1,0, omjer promjera miješala i promjera reaktora, (D_a/d_t) bio je 0,46. Miješanje u sustavu provodilo se turbinskim miješalom s

četiri ravne lopatice nagnute pod kutom od 45° tzv. PBT tip miješala (*tablica 2*). U svrhu ispitivanja utjecaja pozicije navedenog miješala na suspendiranje zeolite tijekom ispitivanja mijenjana je udaljenost miješala od dna reaktora u području od $0,1H$ do $0,5H$. Suspendiranje zeolita u otopini bakrovog(II) nitrata koncentracije 7 mmol/dm^3 provodilo se pri četiri različite masene koncentracije zeolita. Fizikalne karakteristike te masene koncentracije čestica zeolitaprikazane su u *tablici 3*.

U prvom dijelu rada ispitivan je utjecaj udaljenosti PBT miješala od dna posude na minimalnu brzinu vrtnje miješala potrebnu za postizanje stanja potpune suspenzije, N_{JS} , tzv. kritičnu brzinu vrtnje miješala. S obzirom na subjektivnost ove vizualne metode sva mjerenja ponovljena su deset puta te je za rezultat uzeta njihova aritmetička vrijednost. Rezultati ispitivanja utjecaja udaljenosti PBT miješala na kritičnu brzinu vrtnje pri četiri korištene masene koncentracije zeolita prikazane su na *slikama 9* do *12*.

Iz rezultata ispitivanja uočeno je da je za sve masene koncentracije zeolita prisutan trend povećanja kritične brzine vrtnje s povećanjem udaljenosti miješala od dna posude, tj. pri svim korištenim masenim koncentracijama zeolita vrijednost N_{JS} je najniža pri omjeru $c/H = 0,1$, a najveća pri $c/H = 0,5$. Prisutno povećanje je posebno izraženo kod najveće korištene koncentracije zeolita. Kako bi se analizirao utjecaj masene koncentracije zeolita na vrijednosti N_{JS} , u prikazanim rezultatima procijenjena je funkcionalna ovisnost N_{JS} o udaljenosti miješala. Za sve korištene masene koncentracije zeolita izvedena je linearna ovisnost N_{JS} o omjeru c/H , a dobiveni izrazi ovisnosti opisani su jednadžbama pravaca (*tablica 4*). Iz prikazanih jednadžbi jasno je da se vrijednost koeficijenta smjera pravca povećava s povećanjem mase zeolita, a najizraženije povećanje koeficijenta smjera pravca prisutno je upravo i pri najvećoj koncentraciji zeolita, tj. pri γ_4 . Ovakav rezultat ukazuje da je za veće masene koncentracije zeolita potrebno podesiti veću brzinu vrtnje miješala da bi se postiglo stanje potpune suspenzije. Međutim, treba naglasiti da je ovo povećanje N_{JS} s koncentracijom zeolita, iako uočljivo, ipak značajno manje od utjecaja pozicije ispitivanog miješala.

Povećanje kritične brzine vrtnje miješala s povećanjem njegove udaljenosti od dna pri svim ispitivanim masenim koncentracijama zeolita posljedica je strukture toka kapljevine, odnosno hidrodinamičkih zbivanja unutar ispitivanog sustava koji se mijenja s omjerima c/H . Kako bi se dobio uvid u navedena zbivanja izvršene su simulacije toka kapljevine pri ispitivanim udaljenostima miješala primjenom programa *VisiMix 2000 Turbulent*, a dobivene simulacije su prikazane na *slici 13*.

Na *slici 13 b*. se može uočiti da kada je PBT miješalo postavljeno na standardnu udaljenost od dna, $c/H = 0,3$, ono razvija aksijalni tok kapljevine s manje izraženom radijalnom komponentom. Zapravo tok kapljevine kojeg razvija PBT miješalo može se podijeliti na područja kako je to uradio Bakker i ostali¹⁸.

1. područje koje predstavlja zonu velikih brzina kapljevine, a koja nastaje pri odbacivanju kapljevine miješalom prema kutovima reaktora kojeg čine stijenka i dno posude. Zona velikih brzina još se naziva primarni cirkulacijski tok kapljevine.

2. područje predstavlja zonu malih brzina, koja je pozicionirana neposredno ispod miješala, a nastaje uslijed međudjelovanja primarnog cirkulacijskog toka i okoline. Okarakterizirana je suprotnim smjerom strujanja kapljevine u odnosu na primarni cirkulacijski tok zbog čega se još naziva reverznim tokom kapljevine.

3. područje je okarakterizirano najmanjim brzinama kapljevine, a nalazi se u području između miješala i površine kapljevine.

Za suspendiranje sedimentirajućih čestica bitne su brzine kapljevine u blizini dna posude. Naime, da bi kapljevina suspendirala čestice s dna, njezina brzina u blizini dna, odnosno energija, mora biti dovoljno velika da zahvati čestice i ugradi ih u masu kapljevine.

Ukoliko se miješalo pozicionira bliže dnu u odnosu na standardnu poziciju $c/H = 0,1$ (*slika 13 a*) reverzni tok kapljevine je komprimiran, međutim u sustavu vladaju povoljni hidrodinamički uvjeti za suspendiranje čestica zeolita s obzirom da je stanje potpune suspenzije postignuto pri najnižoj

vrijednosti N_{JS} . Pri ovoj poziciji miješala postupku suspendiranja zeolita su očito pogodovale brzine kapljevine u zoni miješala. Naime u zoni miješala postoji najizraženije smicanje, odnosno najveći gradijenti brzina, koje, postavi li se miješalo blizu sedimentirajućih čestica, pospješuju suspendiranje.

S druge strane, udaljavanjem miješala od dna pri poziciji $c/H = 0,5$ opseg sekundarnog, reverznog toka miješala se poveća (*slika 13 c*). S obzirom da je ovaj tok obrnutog smjera od glavnog cirkulacijskog toka, njegovo povećanje uzrokuje smanjenje intenziteta ukupnog toka kapljevine u donjem dijelu posude. Zbog toga je upravo i pri najvećoj udaljenosti miješala od dna bilo potrebno narinuti i najveću brzinu vrtnje miješala kako bi se postiglo suspendiranje zeolita.

Kako bi se sagledali energetske utroške postupka suspendiranja zeolita, pri utvrđenim brzinama vrtnje miješala za postizanje potpune suspenzije zeolita određen je zakretni moment miješala, τ .

Na *slikama 14 do 17* prikazane su eksperimentalne vrijednosti zakretnog momenta pri korištenim masenim koncentracijama zeolita. Iz rezultata se uočava da se zakretni moment miješala pri svim masenim koncentracijama povećava s povećanjem omjera c/H . Detaljnijom analizom dobivenih rezultata uočava se da trend promjene zakretnog momenta s udaljenošću miješala pravilno slijedi trend promjene N_{JS} pri omjeru c/H i to pri svim ispitivanim koncentracijama zeolita, što ukazuje da je zakretni moment miješala direktna posljedica vrijednosti N_{JS} .

Iz vrijednosti zakretnog momenta te brzine vrtnje miješala pri stanju potpune suspenzije, primjenom *izraza (9)* određen je utrošak snage miješanja. U ovom radu utrošak snage izražen je po jedinici mase suspenzije koja se miješa, $(P/m)_{JS}$, a za sve ispitivane uvjete suspendiranja zeolita prikazani su na *slici 18*.

Iz dobivenih rezultata može se uočiti izrazit rast utroška snage miješanja povećanjem udaljenosti miješala. Također se uočava i porast utroška snage s povećanjem masene koncentracije zeolita samo što je ovaj efekt znatno manje izražen.

Referirajući se na izračunate vrijednosti utroška snage pri ispitivanim uvjetima miješanja, moglo bi se zaključiti da je energetski najisplativija opcija suspendiranje pri najmanjoj udaljenosti od dna posude i to pri najnižoj masenoj koncentraciji zeolita. Međutim, ova ispitivanja obuhvaćaju i sagledavanje eksperimentalnih uvjeta pri kojima će se naknadno provoditi ionska izmjena iona bakra na zeolitu NaX pri stanju potpune suspenzije. Stoga će se najpovoljniji omjer c/H za aksijalno miješalo i masena koncentracija zeolita moći predložiti tek nakon utvrđivanja koncentracije izmijenjenih iona na spomenutom zeolitu.

5. ZAKLJUČCI

Na temelju provedenih mjerenja i dobivenih rezultata koji se odnose na miješanje suspenzije zeolita aksijalnim miješalom pri različitim udaljenostima od dna reaktora, može se doći do sljedećih zaključaka:

- Stanje potpune suspenzije postiže se pri nižim brzinama vrtnje miješala ukoliko je miješalo postavljeno bliže dnu posude
- Minimalne brzine vrtnje za postizanje stanja popune suspenzije za istu poziciju miješala se uglavnom povećavaju s povećanjem masene koncentracije zeolita.
- Utjecaj pozicije miješanja na kritičnu brzinu vrtnje je mnogo izraženiji od utjecaja mase zeolita.
- Povećenje N_{JS} s pozicijom miješala posljedica je strukture toka kapljevine koja se mijenja s promjenom pozicije PBT miješala. Najniže vrijednosti N_{JS} posljedica su djelovanja velikih smičnih brzina u zoni miješala na sedimentirane čestice, dok je najveća vrijednost N_{JS} posljedica povećanje opsega reverznog toka zbog čega je oslabio intenzitet miješanja u donjem dijelu reaktora.
- Utrošak snage miješanja pri postizanju potpune suspenzije raste s porastom snage, ali iako manje izraženo i s porastom masene koncentracije zeolita.
- Optimalan omjer c/H aksijalnog PBT miješala kao i masena koncentracija zeolita NaX za provedbu ionske izmjene moći će se predložiti tek naknadnim utvrđivanjem količine izmijenjenih iona.

6. LITERATURA

1. G. Matijašić, Jedinične operacije u ekoinženjerstvu, Skripta – 2. dio, Mehaničke operacije, Fakultet kemijskog inženjerstva i tehnologije u Zagrebu, 2016., str. 70-91
2. W. L. McCabe, J. C. Smith, P. Harriott, Unit Operations of Chemical Engineering, Mc-Graw-Hill, New York, 1993. str. 235 - 265
3. I. Tennekes, J. L. Lumley, A First Course in Turbulence, The MIT Press, Cambridge, 1989, str. 1-24.
4. V. Bartolović, Diplomski rad, Kemijsko-tehnološki fakultet u Splitu, 2014
5. L. Lokas, Diplomski rad, Kemijsko-tehnološki fakultet u Splitu, 2014
6. G. A. Padron, Diplomski rad, Sveučilište u Marylandu, 2001
7. N. Zweitering, Suspending of Solid Particles in Liquid By Agitators, *Chem. Eng. Sci.* 8 (1958) 244-253.
8. W. D. Eidenkel, A. Mersmann, The Agitator Speed for Particle Suspension, *Verfahrenstechnik* 11 (2) (1977) 90-94.
9. G. E. H. Joosten, J. G. M. Schilder, A. M. Broere, The suspension of floating solids in stirred vessels, *Trans. I. Chem. E.* 55 (1977) 220-222.
10. URL: http://free-zg.t-com.hr/Svjetlana_Luterotti/, (3.9.2017.)
11. P. Dabić, Tehnološki procesi anorganske industrije, Interna skripta, Kemijsko-tehnološki fakultet u Splitu, 340-375
12. URL: http://www.grad.unizg.hr/download/repository/1.7._Kondicioniranje_vo_de%5B1%5D.pdf, (3.9.2017)
13. H. van Bekkum, E. M. Flanigen, J. C. Jansen, Introduction to Zeolite Science and Technology, Amsterdam, 2001, str. 1-17
14. URL: https://www.researchgate.net/figure/225186971_fig1_Representative-zeolite-frameworks-with-pore-openings-a-zeolite-A-3D-42-A-b, (15.9.2017.)
15. URL: <https://www.zeolite.com>, (15.9.2017.)
16. S. Chandrasekhar, P. N. Pramada, Investigation on the Synthesis of Zeolite NaX from Kerala Kaolin, *Journal of Porous Materials*, November 1999, Volume 6, Issue 4, 283–297
17. D. Georgiev, B. Bogdanov, I. Markovska, Y. Hristov, A Study on the Synthesis and Structure of Zeolite NaX, *Journal of Chemical Technology and Metallurgy*, 48, 2, 2013, 168-173

18. Bakker, A., Myer, K. J., Ward, R.W., Lee, C.K., (1996): The Laminar and Turbulent Flow Pattern of a Pitched Blade Turbine. *Trans IChemE*74 (A), 485-491

7. PRILOZI

SIMBOLI

c	- udaljenost miješala od dna posude, (m)
D_a	- promjer miješala, (m)
d_p	- promjer čestica zeolita, (μm)
d_t	- promjer posude za miješanje, (m)
g	- gravitacijsko ubrzanje, (m/s^2)
H	- visina stupca kapljevine, (m)
K	- konstanta ovisna o geometrijskim karakteristikama sustava
N	- brzina vrtnje miješala, (okr./min)
N_{Fr}	- Froudova značajka
N_{JS}	- brzina vrtnje miješala pri stanju potpune suspenzije, (okr./min)
N_{Re}	- Reynoldsova značajka
N_p	- značajka snage
N_Φ	- funkcija snage
P	- snaga miješanja, (W)
P_{JS}	- snaga miješanja pri stanju potpune suspenzije, (W)
$(P/m)_{\text{JS}}$	- snaga miješanja po jediničnoj masi suspenzije pri stanju potpune suspenzije, (W/kg)
R^2	- koeficijent korelacije
s	- funkcija geometrijskih karakteristika sustava u izrazu za N_{JS}
x_{sr}	- srednja veličina suspendiranih čestica, (μm)
γ	- masena koncentracija suspenzije zeolita, (g/dm^3)
$\Delta\rho$	- razlika između gustoća čestica i kapljevine, (kg/m^3)
μ_L	- dinamička viskoznost kapljevine, (Pas)
ρ_L	- gustoća kapljevine, (kg/m^3)
ρ_p	- gustoća čestica zeolita, (kg/m^3)
τ	- zakretni moment miješala, (Nm)
ω_p	- maseni udio čestica u suspenziji, (%)